

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

20.12.2004

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2 0 0 3 年 1 2 月 1 8 日

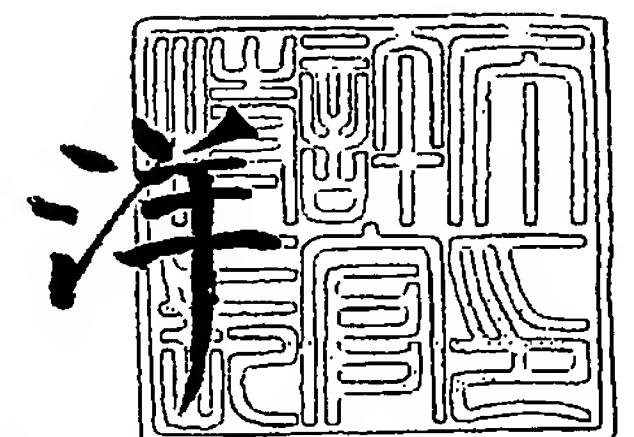
出 願 番 号
Application Number: 特 願 2 0 0 3 - 4 2 1 4 8 3
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 4 2 1 4 8 3]

出 願 人
Applicant(s): 三井金属鉱業株式会社

2 0 0 5 年 2 月 3 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川



BEST AVAILABLE COPY

【書類名】 特許願
【整理番号】 MS0801-P
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 C22C 21/00
【発明者】
 【住所又は居所】 埼玉県上尾市原市 1 3 3 3 - 2 三井金属鉱業株式会社 総合研
 究所内
 【氏名】 久保田 高史
【発明者】
 【住所又は居所】 埼玉県上尾市原市 1 3 3 3 - 2 三井金属鉱業株式会社 総合研
 究所内
 【氏名】 松浦 宜範
【発明者】
 【住所又は居所】 福岡県大牟田市大字唐船 2 0 8 1 三井金属鉱業株式会社 機能
 材料事業本部 薄膜材料事業部内
 【氏名】 加藤 和照
【特許出願人】
 【識別番号】 000006183
 【氏名又は名称】 三井金属鉱業株式会社
【代理人】
 【識別番号】 100111774
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 田中 大輔
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 079718
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 図面 1
 【物件名】 要約書 1

【書類名】 特許請求の範囲**【請求項 1】**

複数のアルミニウム合金ターゲット部材からなるアルミニウム系ターゲットにおいて、
摩擦攪拌接合法によりアルミニウム合金ターゲット部材を接合した接合部を備えること
を特徴するアルミニウム系ターゲット。

【請求項 2】

アルミニウム合金は、ニッケル、コバルト、鉄のうち少なくとも 1 種以上の元素を 0. 5
～ 7. 0 a t % と、炭素を 0. 1 ～ 3. 0 a t % とを含有し、残部がアルミニウムである
請求項 1 に記載のアルミニウム系ターゲット。

【請求項 3】

アルミニウム合金は、シリコンを 0. 5 ～ 2. 0 a t % を更に含むものである請求項 2 に
記載のアルミニウム系ターゲット。

【請求項 4】

接合部は、アルミニウム母材中に 1 0 μ m 以下の径を有する金属間化合物析出物が分散し
たものである請求項 1 ～ 請求項 3 いずれかに記載のアルミニウム系ターゲット。

【請求項 5】

接合部は、径 5 0 0 μ m 以下のブローホールを 0. 0 1 ～ 0. 1 個 / c m² を有するもの
である請求項 1 ～ 請求項 4 いずれかに記載のアルミニウム系ターゲット。

【書類名】 明細書

【発明の名称】 アルミニウム系ターゲット

【技術分野】

【0001】

本発明はアルミニウム合金によるアルミニウム系ターゲットに関し特に、大面積を有する大型のアルミニウム系ターゲットに関する。

【背景技術】

【0002】

近年、アルミニウム系ターゲットにより形成されるアルミニウム合金薄膜は、液晶ディスプレイの薄膜トランジスタなどのような半導体素子を構成する際の配線形成に用いられている。このアルミニウム系ターゲットの需要は、近年の電子・電気製品の需要増加に伴い、さらに増加する傾向である。そして、半導体素子製造においては、非常に精密な構造を有する半導体素子を、一度に大量に製造する技術の進行が著しい。具体的には、非常に大きな面積を有するターゲットを用いてスパッタリングを行い、配線形成用の薄膜を大面積に形成し、一度に大量の半導体素子を製造する技術が進展している。

【0003】

現在、この半導体素子の製造分野においては、1150mm×980mmの面積を備えるターゲット（第4世代）を用いて製造することが行われているが、今後は2500mm×2500mm級の大面積のターゲットを用いる計画（第7世代）が目標とされている。このような半導体製造技術の進展を実現するには、非常に大面積の大型ターゲットを提供することが必須となる。

【0004】

このターゲットの大型化（大面積化）への対応としては、例えば、大型の連続鑄造装置や圧延機などにより、広幅のターゲット部材を製造する方法や所定の厚みに圧延したターゲット部材を複数接合する方法が採用されている。

【0005】

しかしながら、大型の連続鑄造装置や圧延機を使用すると、設備コストの増大は避けられず、多品種ターゲットの製造、即ち所望の組成を有する様々な種類のターゲット材を製造することが困難である。

【0006】

他方、小面積のターゲット部材を複数接合することによって大面積のターゲット材を製造する場合は、接合部分を瞬時に熔融して溶接可能な電子ビーム溶接が行われている（特許文献1参照）。この電子ビーム溶接は、ターゲット部材の接合部分を熔融するため、合成組成によってはスプラッシュが多発して溶接部にブルーホールと呼ばれる空洞を形成し易い傾向がある。このようなブルーホールのある接合部を有するターゲットを用いて薄膜形成を行うと、スパッタリング時における放電安定性が悪くなり、安定した薄膜形成に影響することが想定される。また、電子ビーム溶接によって接合したターゲットでは、熔融凝固の影響により、ターゲット自体に反りが生じやすいという問題もある。

【0007】

さらに、ターゲットの大型化に伴ってターゲット厚も厚くなる傾向になるが、溶接エネルギーの観点から電子ビーム溶接での対応がより困難になるものと予想される。くわえて、この電子ビーム溶接では、溶接時に雰囲気真空にする必要があり、大面積のターゲットを製造するためには好適でなく、製造コストの低廉化も難しく、大型化のターゲットを低コストで供給することは難しい。

【0008】

【特許文献1】 特開平11-138282号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

本発明は、以上のような事情を背景になされたものであり、次世代の大型のターゲット

を提供すること目的としており、特に、低コストで、且つブローホールのような内部欠陥を極力減少し、反りない大面積のアルミニウム系ターゲットを提供することを目的としている。

【課題を解決するための手段】

【0010】

上記課題を解決するために、本発明者らは複数のターゲットを接合して大型のターゲット材を製造する技術を鋭意検討した結果、大面積のアルミニウム系ターゲット材を低コストで、且つ内部欠陥の非常に少ないもの製造可能な技術を見出し、本発明を想到した。

【0011】

本発明は、複数のアルミニウム合金ターゲット部材からなるアルミニウム系ターゲットにおいて、摩擦攪拌接合法によりアルミニウム合金ターゲット部材を接合した接合部を備えることを特徴するものである。

【0012】

本発明に係るアルミニウム系ターゲットは、その接合部において内部欠陥、即ちブローホールのような空洞が極めて少なく、接合部におけるひずみが少ないため、ターゲット自体に反りが発生しにくい。そして、摩擦攪拌接合法を採用しているので製造コストが比較的易く済み、本発明に係る大面積のアルミニウム系ターゲットは安価に提供可能となる。そして、接合部においてブローホールが少ないので、スパッタリング時における放電は安定し、形成した薄膜の組成や厚みを大面積においても均一に実現することが可能となる。また、接合時の雰囲気は大気中で行えるので、大型のターゲットを容易に提供できる。

【0013】

本発明における摩擦攪拌接合法とは、材料を固相状態で接合するものである。具体的には、ターゲット部材同士を当接した状態にし、その当接した部分にスターロッドと呼ばれる円柱状物体を所定深さ挿入した状態で回転させながら、接合線に沿って移動させることによりターゲット部材を接合するものである。

【0014】

本発明に係るアルミニウム系ターゲットでは、アルミニウム合金として、ニッケル、コバルト、鉄のうち少なくとも1種以上の元素を0.5～7.0at%と、炭素を0.1～3.0at%とを含有し、残部がアルミニウムのものを用いることが好ましい。このような組成のアルミニウム合金によるアルミニウム系ターゲットであると、形成した薄膜をITO膜に直接オーミック接合することが可能で、シリコン上にアルミニウム合金薄膜を形成しても、シリコンとアルミニウムの相互拡散が生じず、比抵抗が低く、耐熱性に優れた配線を形成できるからである。より好ましくは、アルミニウム-炭素-ニッケル合金、アルミニウム-炭素-ニッケル-コバルト合金などが挙げられる。

【0015】

また、本発明に係るアルミニウム系ターゲットでは、上述したアルミニウム合金にシリコンを0.5～2.0at%を更に含むものとするのが好ましい。上述したアルミニウム合金にシリコンを含有すると、本発明に係るアルミニウム系ターゲットにより形成した薄膜のアルミニウムとシリコンとの相互拡散を効果的に防止することが可能となる。

【0016】

そして、本発明に係るアルミニウム系ターゲットは、その接合部がアルミニウム母材中に径10 μ m以下の金属間化合物析出物が分散した組織となる。従来の電子ビーム溶接では、溶接部において偏析が生じやすく、母材の組成と溶接部の組成とが異なる傾向となり、形成した薄膜の均一性、すなわち薄膜の組成、厚みに影響することが懸念される。一方、本発明のアルミニウム系ターゲットでは、接合部がアルミニウム母材中に、0.1 μ m～10 μ m径の金属間化合物析出物が分散した組織となり、接合部以外のターゲット部材の組織とほぼ同一となり、均一性の高い薄膜の形成が行えるものとなる。

【0017】

さらに、本発明のアルミニウム系ターゲットにおける接合部は、径500 μ m以下のブローホールを0.01～0.1個/cm²を有するものとなる。本発明ようにブローホー

ルが極力少ない接合部を有するターゲットであると、スパッタリング時における放電安定性が良好となり、均一性の高い薄膜形成を安定して行える。

【発明の効果】

【0018】

以上のように、本発明に係るアルミニウム系ターゲットは、ブローホールのような内部欠陥を極力減少し、反りない大面積のアルミニウム系ターゲットとなるので、大面積に薄膜を形成しても、その組成や厚みを極めて高い均一性で実現できる。また、設備的な観点からの制約が少ないため、低コストのアルミニウム系ターゲットとなり、次世代の大型のアルミニウム系ターゲットに非常に好適なものといえる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0019】

本発明の好ましい実施形態について、実施例及び比較例に基づき説明する。

【実施例】

【0020】

本実施例で用いたターゲット部材は、次のようにして製造した。まず、カーボンルツボ（純度 99.9%）に、純度 99.99% のアルミニウムを投入して、1600～2500℃の温度範囲内に加熱してアルミニウムを溶解した。このカーボンルツボによるアルミニウムの溶解は、アルゴンガス雰囲気中で雰囲気圧力は大気圧として行った。この溶解温度で約 5 分間保持し、カーボンルツボ内にアルミニウム-炭素合金を生成した後、その溶湯を炭素鋳型に投入して、放置することにより自然冷却して鋳造した。

【0021】

この炭素鋳型に鋳造したアルミニウム-炭素合金の鋳塊を取り出し、純度 99.99% のアルミニウムとニッケルとを所定量加えて、再溶解用のカーボンルツボに投入して、800℃に加熱することで再溶解し、約 1 分間攪拌を行った。この再溶解も、アルゴンガス雰囲気中で、雰囲気圧力は大気圧として行った。攪拌後、溶湯を銅水冷鋳型に鋳込むことにより、板形状の鋳塊を得た。さらに、この鋳塊を圧延機により、厚さ 10 mm、幅 400 mm×長さ 600 mm の板状ターゲット部材を複数形成した。

【0022】

そして、このターゲット部材の側面をフライス加工により平面出しを行い、摩擦攪拌接合を行った。摩擦攪拌接合は、図 1 に示すような状態で行った。2 つターゲット部材 T の側面を当接した状態にし、市販の摩擦攪拌接合装置のスターロッド 1 をその当接部分の上部に配置した。このスターロッド 1 の先端部 2（鋼製）を所定の回転速度及び送り速度に設定し操作することにより、当該接部分の摩擦攪拌接合を行った。

【比較例】

【0023】

比較として、側面をフライス加工して平面出した 2 つのターゲット部材を電子ビーム溶接で溶接をしたターゲット材も作製した。電子ビーム溶接の条件は、加速電圧 120 kV、ビーム電流 18 mA、溶接速度 10 mm/sec である。

【0024】

このようにして得られた幅 800 mm×長さ 600 のターゲット材について、その接合部の SEM 観察、組織観察、反り特性、エロージョン観察及び放電特性について調査を行った。

【0025】

SEM 観察は、図 2 に示す接合部の断面について行った。図 2 には、接合部の側面側から見た斜視図を示している。SEM 観察（倍率 1000 倍）を行った部分は、ターゲット部材 T の一部 A、接合部の上方部 B 及び下方部 C である。また、比較例のターゲットは、溶接部とターゲット部材との境界面を SEM にて観察した。SEM 観察の結果を図 3～図 5 に示す。

【0026】

図 3 は図 2 の A 部分、図 4 は図 2 の B 部分、図 5 は図 2 の C 部分を観察したものである

が、これらを見るとわかるように、ターゲット部材 T 側と接合部 J において、金属間化合物の析出物である Al_3Ni (写真中に白い斑点状に見える部分) のサイズの大きさにほとんど差がなかった。この金属間化合物の析出物 (Al_3Ni) の大きさは、 $0.1 \sim 10 \mu m$ 径のものであった。また、炭化物である Al_4C_3 ($10 \sim 100 \mu m$) についても、ほぼ同様な分布傾向であった。一方、図 6 には、電子ビーム溶接を行ったターゲット材の溶接部の境界を観察したものを示しているが、溶接部 (写真中央から左側部分) と、その近傍のターゲット材 (写真中央から右側部分)、即ち母材との組織は大きく異なっているのが確認された。

【0027】

次に、接合部 J の組織観察について説明する。この組織観察は、図 2 で示した接合部位を、塩化第二銅溶液により所定時間エッチングをして、金属顕微鏡にてターゲット材の上部側と側面側とから、その表面を観察したものである。その組織観察結果を図 7 及び図 8 に示す。

【0028】

図 7 に上部側表面の組織を、図 8 に側面側表面の組織を示している。この観察結果より、ターゲット部材側と接合部においてはその組織に大きな変化は見られなかった。

【0029】

また、本実施例のターゲット材を水平面に載置してその反り状態を調査したところ、ターゲット材の反りはほとんど無いことが判明した。また、上記組織観察と接合部の目視観察により、摩擦撹拌接合により部材割れも発生していないことが確認された。

【0030】

続いて、エロージョン観察結果について説明する。このエロージョン観察は、図 9 に示すように、ターゲット材 10 から円板 (直径 203.2 mm × 厚さ 10 mm) のターゲット 11 を切り出し、市販のスパッタリング装置 (図示せず) に装着して、直流 4 kW の電力で 6 時間のスパッタリングを行った後、ターゲット 11 を取り出して、スパッタによって材料が最もえぐられた部分 E を上方から観察することにより行った。そのエロージョン観察結果を図 10 及び図 11 に示す。

【0031】

図 10 が本実施例で、図 11 が比較例のものを示している。本実施例のターゲット材におけるエロージョン観察では、接合部分にはブローホールのような欠陥はほとんど確認できなかった。一方、比較例のターゲット材では、多量のブローホール (中央にある黒い溶接部分内に見られる白い斑点状の欠陥) が存在していた。また、実施例の接合部におけるブローホールの量を測定したところ、約 9 cm^2 の面積に相当する部分には一つも存在しないことが判明した。その他のエロージョン部分を調査した結果、本実施例のターゲット材では、 $500 \mu m$ を超えるような大きな径のブローホールは存在しなく、径 $500 \mu m$ 以下のブローホール存在は $0.06 \text{ 個}/\text{cm}^2$ 程度であることが判った。また、複数のターゲット材を調べた結果、本発明に係るターゲット材では、径 $500 \mu m$ 以下のブローホールが $0.01 \text{ 個}/\text{cm}^2 \sim 0.1 \text{ 個}/\text{cm}^2$ の量で接合部に存在していることが判明した。一方、比較例の溶接部では、同面積を調査した結果、径 $500 \mu m$ 以下のブローホールが $10 \text{ 個}/4.5 \text{ cm}^2$ ($2.2 \text{ 個}/\text{cm}^2$) 存在することが確認された。なお、このブローホールの量は、スパッタリング処理 ($12.3 \text{ W}/\text{cm}^2$ 、6 時間) 後のエロージョン部を金属顕微鏡にて観察することにより測定したもので、観察できるブローホールの大きさは $1 \mu m$ 以上のものである。

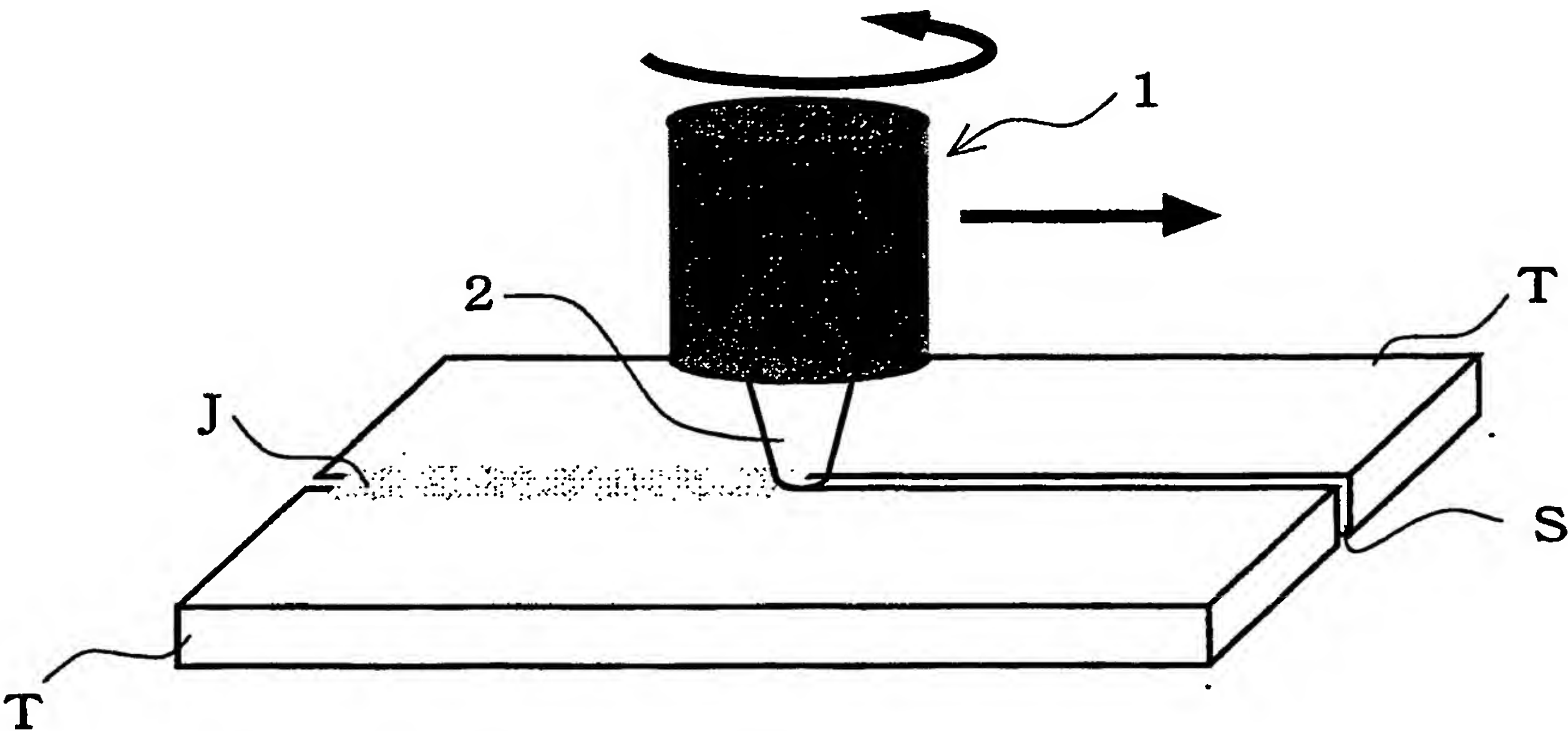
【図面の簡単な説明】

【0032】

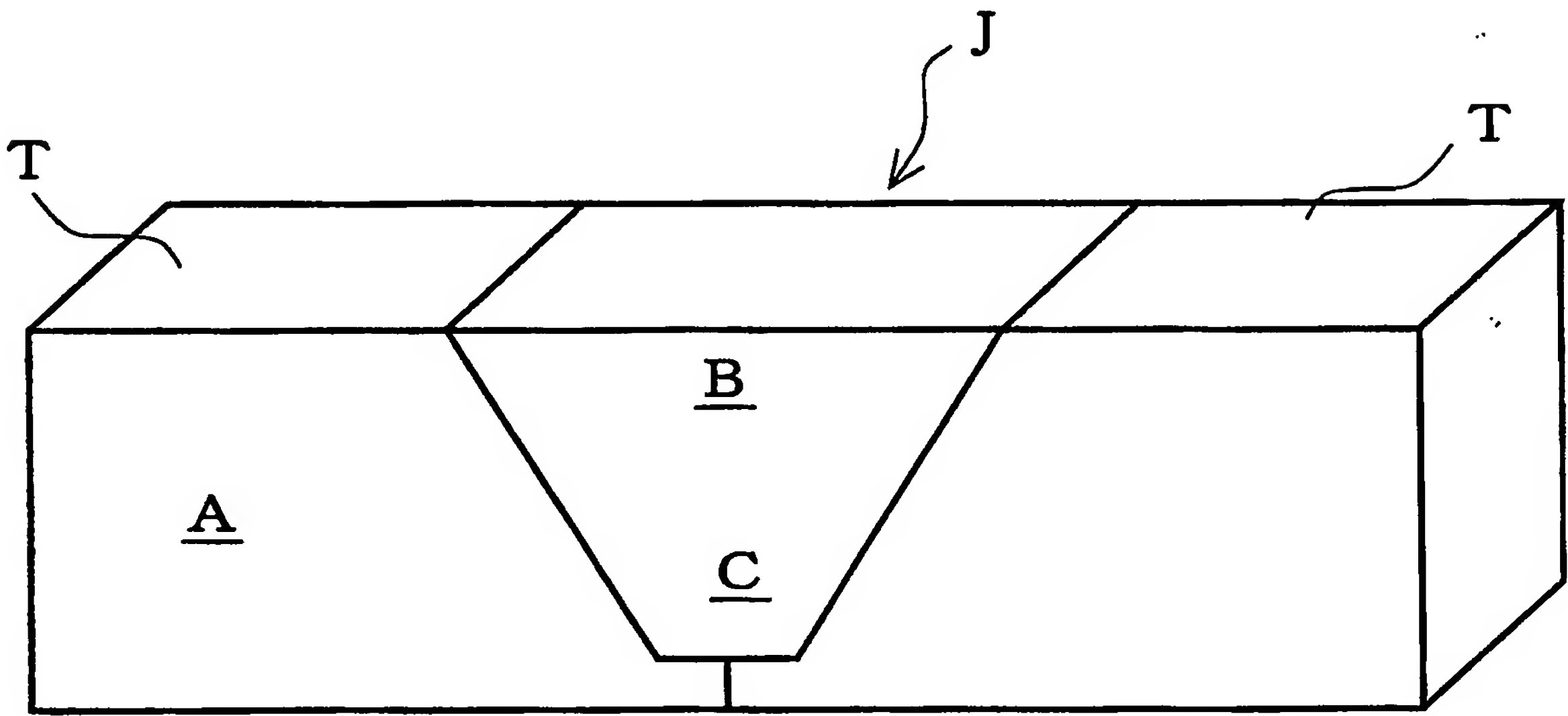
- 【図 1】 摩擦撹拌接合の状態を示す概略図。
- 【図 2】 接合部の断面を示す概略斜視図。
- 【図 3】 接合部の SEM 観察写真。
- 【図 4】 接合部の SEM 観察写真。
- 【図 5】 接合部の SEM 観察写真。

- 【図 6】 比較例の溶接部の S E M 観察写真。
- 【図 7】 接合部の組織観察写真。
- 【図 8】 接合部の組織観察写真。
- 【図 9】 ターゲット材の概略斜視図。
- 【図 1 0】 実施例のエロージョン部の観察写真。
- 【図 1 1】 比較例のエロージョン部の観察写真。

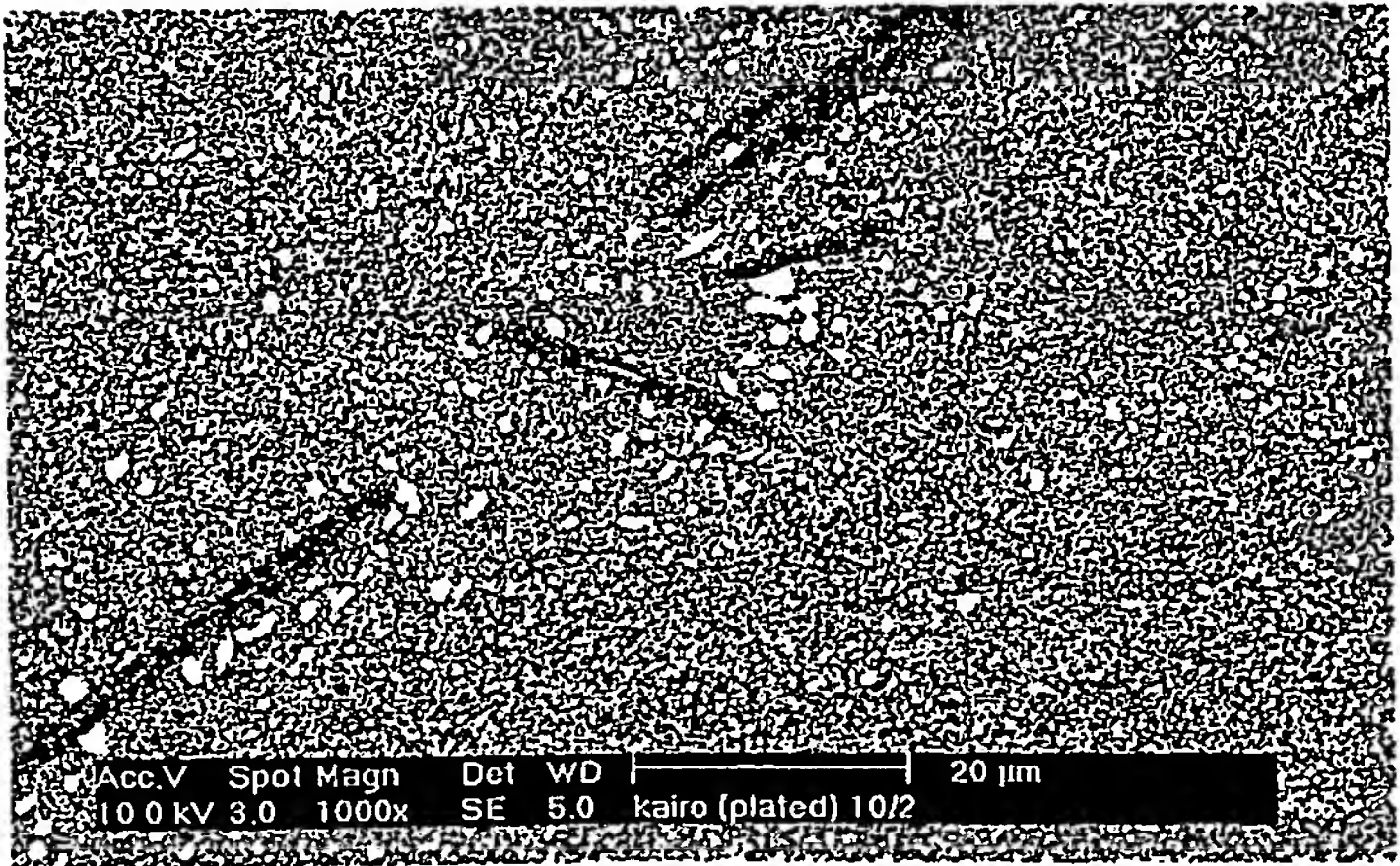
【書類名】 図面
【図 1】



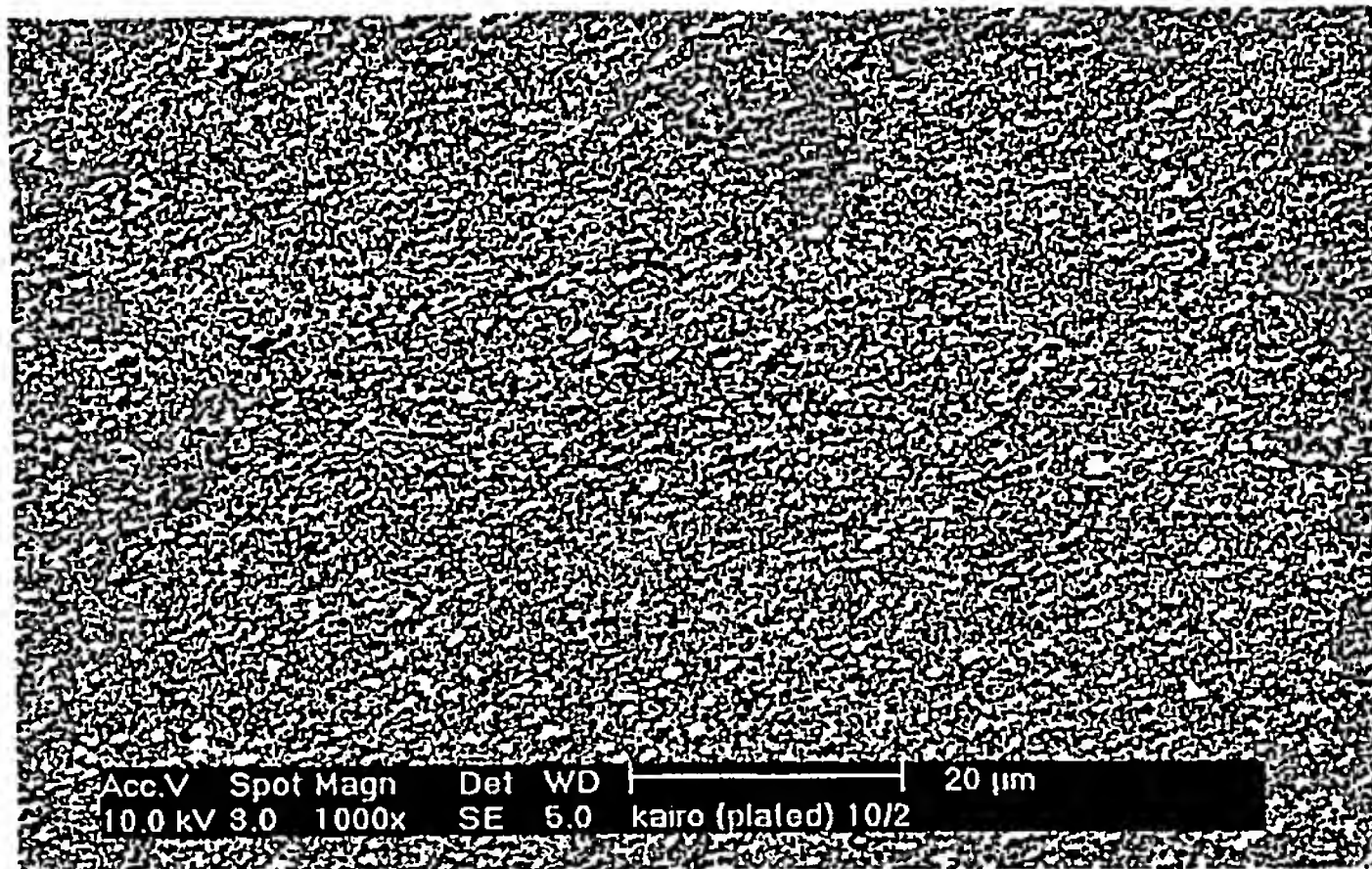
【図 2】



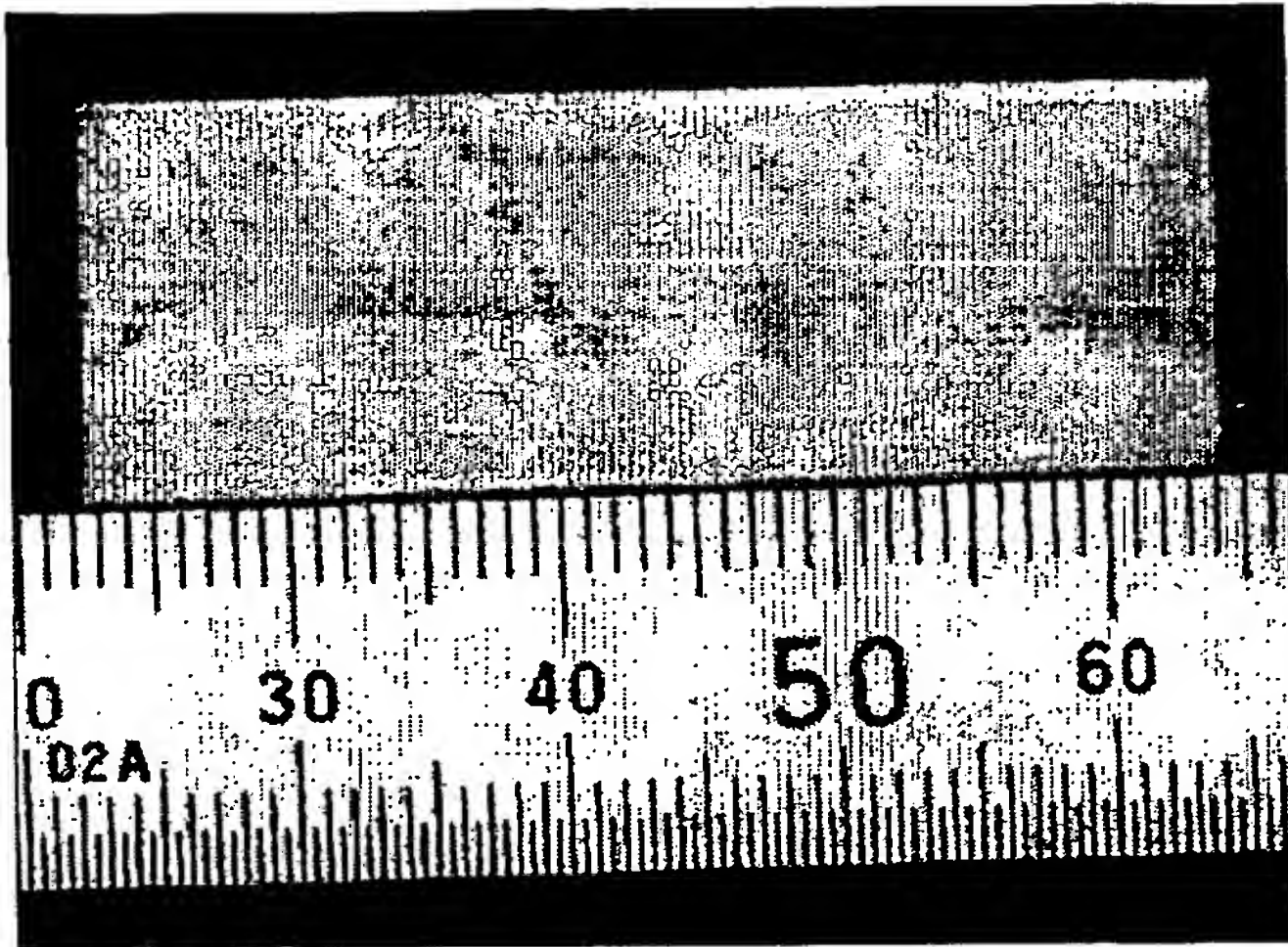
【図 3】



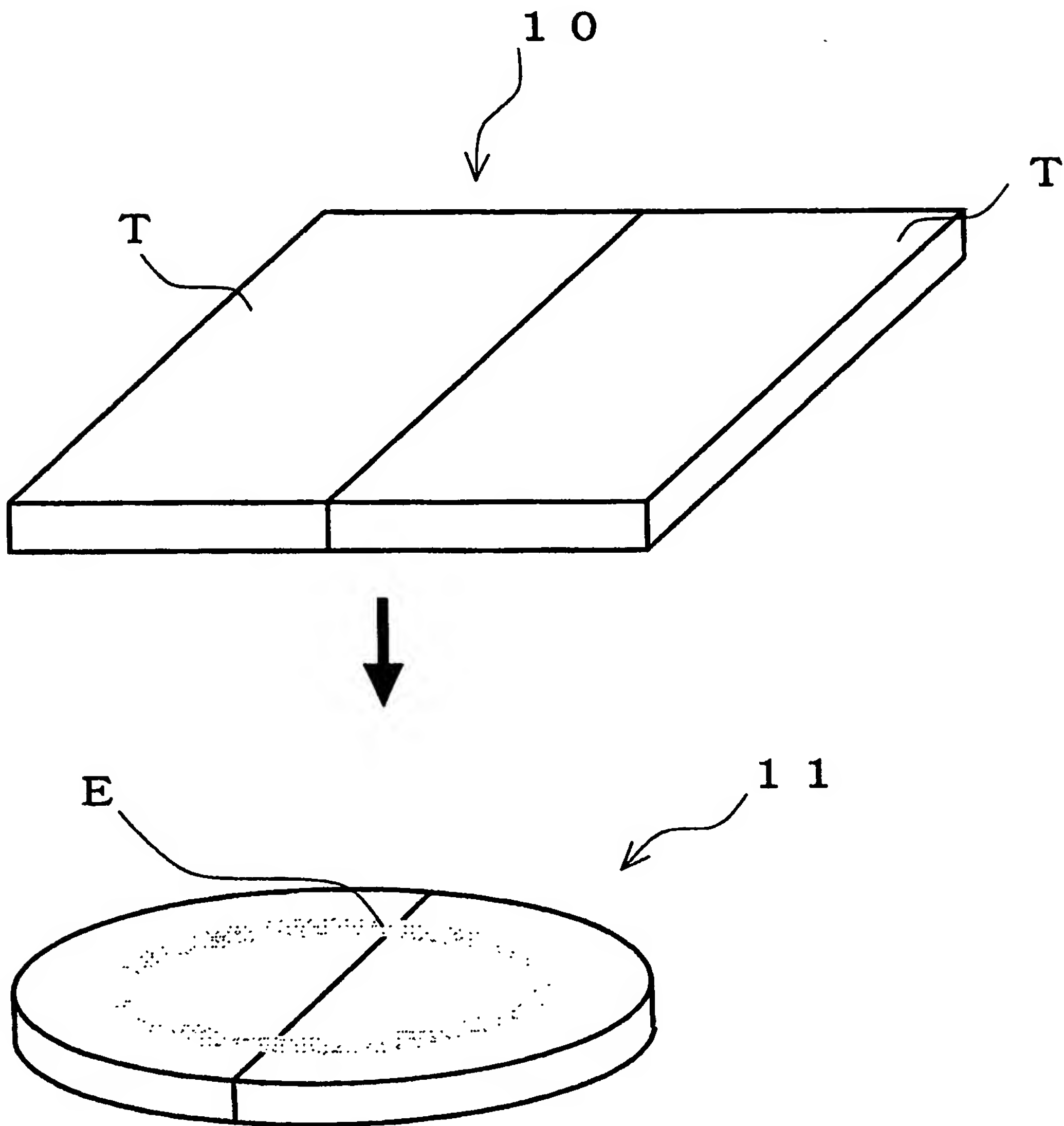
【図 4】



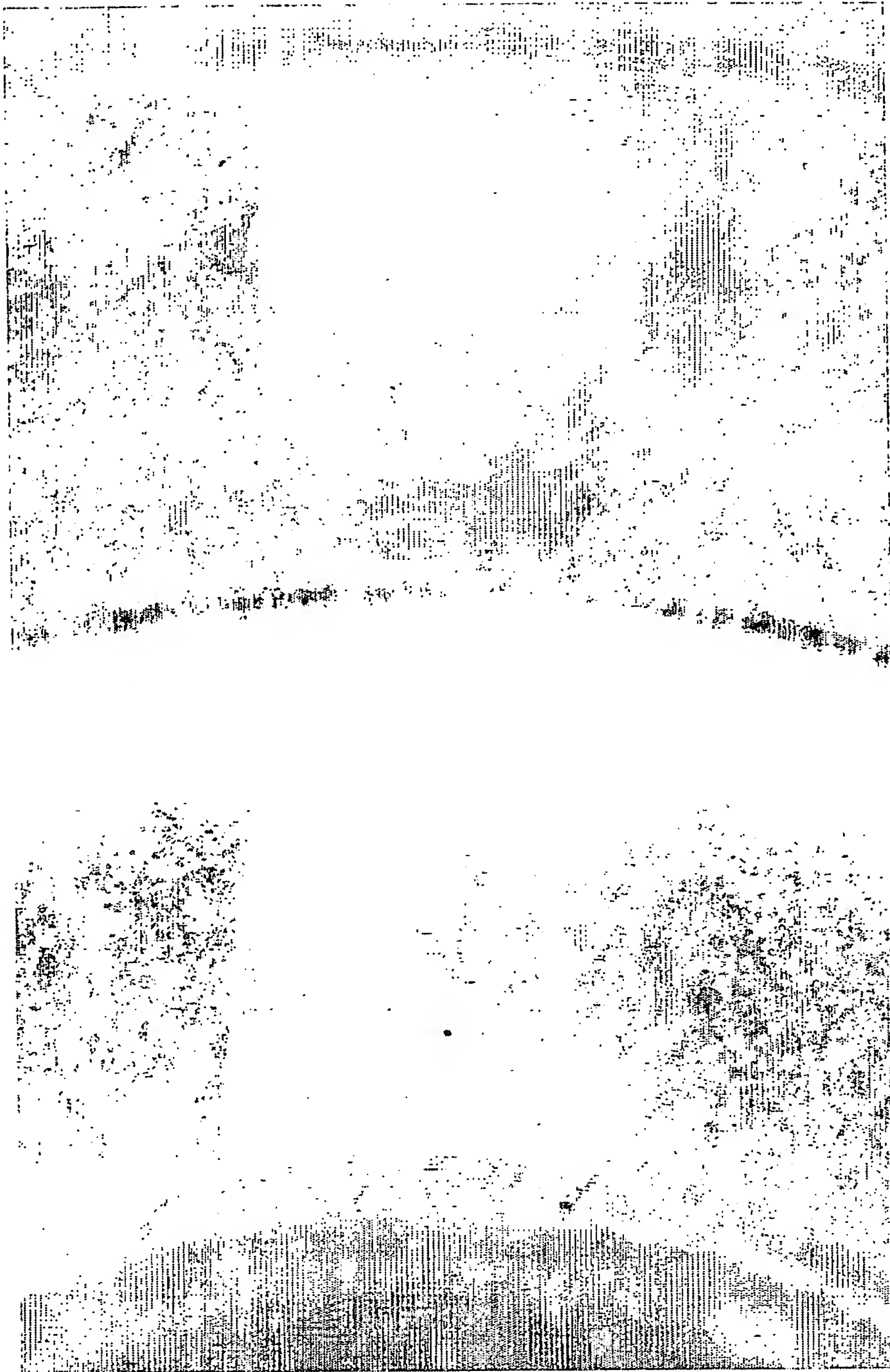
【図 8】



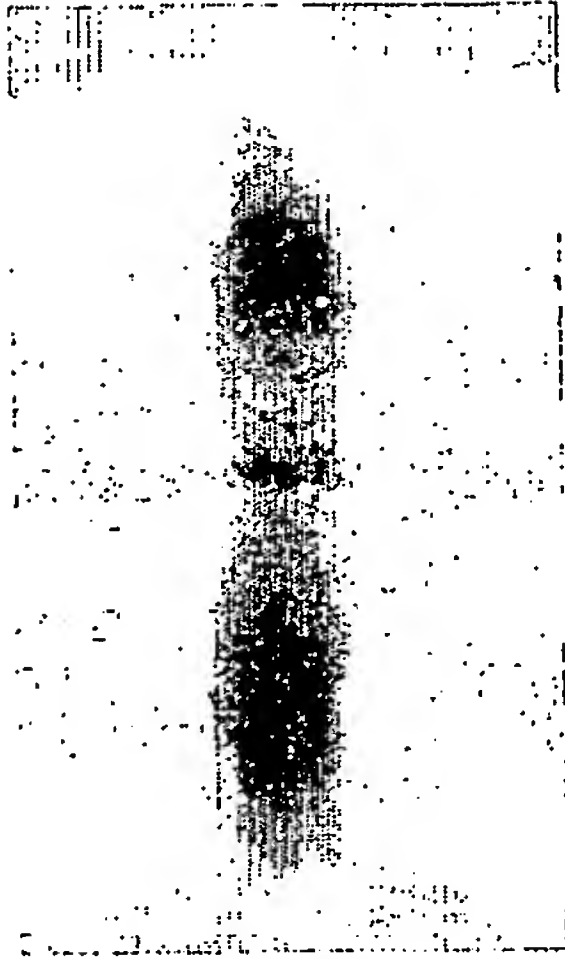
【図 9】



【図 10】



【図 11】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 ブローホールのような内部欠陥を極力減少し、反りない大面積のアルミニウム系ターゲットを提供することを目的とする。

【解決手段】 複数のアルミニウム合金ターゲット部材からなるアルミニウム系ターゲットにおいて、摩擦攪拌接合法によりアルミニウム合金ターゲット部材を接合した接合部を備えるものとした。また、この接合部は、アルミニウム母材中に径 $10\ \mu\text{m}$ 以下の金属間化合物析出物が分散した組織であり、径 $500\ \mu\text{m}$ 以下のブローホールが $0.01 \sim 0.1$ 個 $/\text{cm}^2$ を有するものである。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 4 2 1 4 8 3
受付番号	5 0 3 0 2 0 8 8 3 8 7
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0 0 9 4
作成日	平成 1 5 年 1 2 月 1 9 日

< 認定情報・付加情報 >
【提出日】

平成15年12月18日

特願 2 0 0 3 - 4 2 1 4 8 3

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 6 1 8 3]

1. 変更年月日

1 9 9 9 年 1 月 1 2 日

[変更理由]

住所変更

住 所

東京都品川区大崎 1 丁目 1 1 番 1 号

氏 名

三井金属鉱業株式会社

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP04/019004

International filing date: 20 December 2004 (20.12.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2003-421483
Filing date: 18 December 2003 (18.12.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 17 February 2005 (17.02.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☒ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.